

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE



(11) 1.572.332

## BREVET D'INVENTION

- (21) N° du procès verbal de dépôt ..... 147.207 - Paris.  
(22) Date de dépôt ..... 5 avril 1968, à 16 h 4 mn.  
Date de l'arrêté de délivrance ..... 19 mai 1969.  
(48) Date de publication de l'abrégé descriptif au  
*Bulletin Officiel de la Propriété Industrielle.* 27 juin 1969 (n° 26).  
(51) Classification internationale ..... A 61 k.
- (54) Produits de parfumerie.
- (72) Invention :
- (71) Déposant : SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES RHÔNE-POULENC. Société Anonyme,  
résidant en France (Paris).
- Mandataire :
- (30) Priorité conventionnelle :
- (32) (33) (31) Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11,  
§ 7, de la loi du 5 juillet 1844, modifiée par la loi du 7 avril 1902.

Vente des fascicules à l'IMPRIMERIE NATIONALE, 27, rue de la Convention - PARIS (16°)

1572332

- 1 -

La présente invention a trait à l'emploi en parfumerie d'un butanamide en vue de l'obtention de notes menthées.

On connaît les besoins en odeurs ou saveurs menthées : elles sont utilisées soit dans des compositions odorantes soit dans des compositions gustatives. Dans les compositions odorantes les odeurs menthées apportent une sensation de fraîcheur appréciée. Dans les compositions gustatives les saveurs menthées sont également irremplaçables, qu'il s'agisse de boissons, de produits de confiserie ou de préparations dentifrices, pour ne citer que les applications les plus marquantes.

Jusqu'à présent ces odeurs et saveurs menthées ne pouvaient être obtenues que par l'emploi d'essences naturelles. Certes le menthol est connu et employé depuis longtemps, mais en raison même de sa puissance et de sa brutalité il ne peut être utilisé qu'avec circonspection.

Les produits menthés jouissent de propriétés biologiques intéressantes : un certain effet eupnéique, des propriétés légèrement antiseptiques, un certain pouvoir répulsif pour les insectes et un léger pouvoir calmant pour les piqûres d'insectes. On retrouve donc les produits menthés dans bien des préparations à usage pharmaceutique ou hygiénique.

Au cours de travaux de laboratoire EINHORN et DIESBACH (Berichte 39 1223 (1906)) ont bien mentionné que la diéthyl-N,N éthyl-2 butanamide possède une odeur faible ressemblant à celle du menthol, et l'on sait que le diéthyl-N,N diméthyl-2,2 propanamide possède une odeur de menthe poivrée. Toutefois ces produits sont restés des curiosités de laboratoire et n'ont pas donné lieu à des applications en parfumerie.

Il a maintenant été trouvé, et c'est ce qui fait l'objet de la présente invention, que le diméthyl-N,N éthyl-2 butanamide est utilisable comme produit de parfumerie et comme parfum alimentaire pour la production de notes du type menthe naturelle.

Ce produit possède en effet une odeur menthée d'un caractère étonnamment naturel. Il ne possède pas l'agressivité du menthol tout en conservant assez de puissance, sa note s'oriente vers l'odeur de menthe Pouilot et approche celle des menthes italo-mitcham. On peut donc l'utiliser soit seul soit en mélange dans les préparations comportant une odeur ou une saveur menthée. Dans les compositions où il est incorporé il procure, sur la peau, une agréable sensation de fraîcheur.

.../...

1572332

- 2 -

En outre il a été trouvé que ce produit est remarquablement sûr physiologiquement : sa dose mortelle 50 % (DL 50) sur la souris est de 490 mg/kg par voie intra-veineuse et de 900 mg/kg p.o. Les essais sur animaux ont montré qu'il est bien toléré par les systèmes cardio-vasculaire, respiratoire et neurovégétatif.

Il n'exerce aucune action irritante sur la peau ou les muqueuses.

De ce fait il est au moins aussi utilisable que les essences de menthe naturelle.

Liquide incolore, il bout à 54-58° sous une pression de 1 mm de mercure. Il est très soluble dans l'eau et dans les solvants organiques usuels.

Il se comporte particulièrement bien dans les compositions auxquelles il peut être incorporé car il résiste très bien à l'action des réactifs alcalins ou acides ainsi qu'à l'action de la lumière et au vieillissement.

Grâce à ces propriétés on peut employer ce produit de la façon usuelle dans les compositions de parfumerie, les produits de savonnerie ou produits de beauté, dans les dentifrices, dans les préparations hygiéniques ainsi que dans les boissons, liqueurs, produits de confiserie ou dans les médicaments. Sa dose d'emploi est pratiquement égale à celle des essences de menthe classiques mais doit naturellement être adaptée à l'effet olfactif ou gustatif recherché. Il donne des résultats spécialement intéressants pour des lotions pour lesquelles un effet de fraîcheur est recherché par exemple les lotions après rasage.

Le diméthyl-N,N éthyl-2 butanamide peut être préparé notamment selon R. LUKES, J. LANGTHALER et I. CERVENA [coll. Czech. Chem. Comm. 25 461 (1960) ; Chem. Abst. 54 11 974 (1960)]. Toutefois le procédé décrit à l'exemple suivant est nouveau et préféré.

#### EXEMPLE 1

Dans un mélange de 130 cm<sup>3</sup> d'une solution aqueuse de diméthylamine contenant 350 g de diméthylamine par litre et de 250 cm<sup>3</sup> d'éther éthylique, on ajoute, sous agitation et en maintenant la température à 0°C, 100 cm<sup>3</sup> de lessive de soude 10 N puis, en 15 minutes une solution de 135 g de chlorure d'éthyl-2 butyryle dans 250 cm<sup>3</sup> d'éther éthylique. On poursuit l'agitation pendant 30 minutes, la température étant maintenue à 0°C. La couche étherée est décantée puis séchée sur 25 g de carbonate de potassium. Après filtration et évaporation de l'éther éthylique, on distille 134,5 g

.../...

1572332

- 3 -

de diméthyl-N,N éthyl-2 butanamide (P.E.<sub>2</sub> = 75-77°C, avec un rendement de 94 %).

EXEMPLE 2

Lotion après rasage

5	- Sorbitol à 70 %.....	12 g
	- Propylène glycol.....	14 g
	- Glycérine.....	10 g
	- Acide borique.....	20 g
	- Diméthyl-N,N éthyl-2 butanamide.....	10 g
10	- Eau distillée (ou permutée).....	Q.S.P.F. 1000 g

EXEMPLE 3

Parfum pour dentifrice

	- Essence de clous de girofle.....	10
	- Essence de rose.....	5
15	- Essence de cannelle de Ceylan.....	10
	- Essence de badiane.....	400
	- Diméthyl-N,N éthyl-2 butanamide.....	575

Cette essence est utilisée à raison de 3‰ dans des dentifrices en pâte de formule classique.

20

R E S U M E

La présente invention concerne :

- 1° - l'emploi comme produit odorant ou aromatisant à caractère menthé du diméthyl-N,N éthyl-2 butanamide
- 2° - les compositions qui comportent à titre de produit odorant ou aromatisant le diméthyl-N,N éthyl-2 butanamide.